

DIN ISO 1431-3



ICS 83.060

Ersatz für
DIN 53509-2:1994-11

**Elastomere oder thermoplastische Elastomere –
Widerstand gegen Ozonrissbildung –
Teil 3: Referenz- und alternative Verfahren zur Bestimmung der
Ozonkonzentration in Laborprüfkammern (ISO 1431-3:2000)**

Rubber, vulcanized or thermoplastic –

Resistance to ozone cracking –

Part 3: Reference and alternative methods for determining the ozone concentration in laboratory test chambers (ISO 1431-3:2000)

Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique –

Résistance au craquelage par l’ozone –

Partie 3: Méthode de référence et autres méthodes pour la détermination de la concentration d’ozone dans les enceintes d’essai de laboratoire (ISO 1431-3:2000)

Gesamtumfang 27 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Kurzbeschreibung	6
4 Geräte	7
5 Kalibrierung	7
6 Verfahren	7
7 Darstellung der Ergebnisse	7
8 Prüfbericht	8
Anhang A (normativ) Auswirkung des atmosphärischen Luftdrucks auf die Ozonrissbildung von Elastomeren	9
Anhang B (normativ) Instrumentelle Verfahren (alternativ)	10
Anhang C (normativ) Nasschemische Verfahren (alternativ)	14

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 1431-3:2000, die im Technischen Komitee ISO/TC 45 „Rubber and rubber products“ (Sekretariat: DSM, Malaysia) ausgearbeitet wurde.

Das zuständige nationale Gremium ist der NA 062-04-34 AA *Prüfung der physikalischen Eigenschaften von Kautschuk und Elastomeren* im Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO [und/oder] DIN sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

DIN ISO 1431 *Elastomere oder thermoplastische Elastomere — Widerstand gegen Ozonrissbildung* besteht aus

— Teil 1: *Statische und dynamische Prüfung*

— Teil 3: *Referenz- und alternative Verfahren zur Bestimmung der Ozonkonzentration in Laborprüfkammern*

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 1431-1 siehe DIN ISO 1431-1

ISO 13964 siehe DIN ISO 13964

Änderungen

Gegenüber DIN 53509-2:1994-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) DIN 53509-2 wird zurückgezogen und durch DIN ISO 1431-3 ersetzt;
- b) es wird die Methode der UV-Absorption als Referenz eingeführt;
- c) es werden zusätzlich eine elektrochemisch Methode und eine Methode mittels Chemolumineszenz beschrieben.

Frühere Ausgaben

DIN 53509-2: 1977-03, 1994-11

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 1431-1, *Elastomere oder thermoplastische Elastomere — Bestimmung des Widerstandes gegen Ozonrissbildung — Teil 1: Statische und dynamische Beanspruchung*

DIN ISO 13964, *Luftbeschaffenheit — Bestimmung von Ozon in der Außenluft — UV-photometrisches Verfahren*

Elastomere oder thermoplastische Elastomere — Widerstand gegen Ozonrissbildung — Teil 3: Referenz- und alternative Verfahren zur Bestimmung der Ozonkonzentration in Laborprüfkammern

Einleitung

Es gibt eine Reihe von Verfahren zur Analyse der gasförmigen Ozon/Luftgemische, die zur Prüfung der Ozon Beständigkeit von Elastomeren eingesetzt werden. Darunter sind nasschemische Verfahren, elektrochemische Zellen, UV-Absorption und Chemolumineszenz mit Ethylen.

Im Prinzip sind die nasschemischen, die elektrochemischen und die UV-Absorptionsverfahren alle absolute Verfahren, aber in der Praxis liefern sie nicht immer die gleichen Ergebnisse.

Nasschemische Verfahren, die üblicherweise auf der Absorption von Ozon in einer Kaliumiodidlösung und der Titration des freigesetzten Iods mit Natriumthiosulphat basieren, werden traditionell in der Gummiindustrie eingesetzt und wurden in nationalen Normen festgelegt. Sie sind nicht für einen kontinuierlichen Einsatz oder Überwachung geeignet und somit weniger sinnvoll für den praktischen Gebrauch als instrumentelle Verfahren. Die Messergebnisse haben sich als empfindlich gegen kleine Veränderungen der Messbedingungen sowie der Konzentration und der Reinheit der Reagenzien erwiesen und es gab viele Kontroversen über die Stöchiometrie der Reaktion.

Elektrochemische Verfahren wurden häufig in der Gummiindustrie eingesetzt und als geeignet zur kontinuierlichen Messung und Überwachung von Ozon befunden. Chemolumineszenzverfahren wurden auch eingesetzt.

Seit einiger Zeit werden zunehmend UV-Absorptionsanalysatoren, die die gleichen Mess- und Überwachungsmöglichkeiten bieten, eingesetzt. Wichtiger noch ist, dass diese Technik von allen wichtigen Umweltbehörden als der Standard angenommen wurde und von ihnen als absolut betrachtet wird.

Konsequenterweise ist dieser Standard (UV-Absorption) als Referenzverfahren übernommen worden, gegen den alle anderen Verfahren kalibriert werden müssen. Wie bei jeder anderen instrumentellen Technik ist die Genauigkeit jedes UV-Instruments abhängig von der Kalibrierung und Wartung der Komponenten und somit sollten auch UV-Analysatoren gegen anerkannte Standardgeräte geprüft werden. In einigen Ländern laufen Untersuchungen, um ein primäres Standardgerät vorzuschlagen.

Obwohl dieser Teil von ISO 1431 Ozonanalyse behandelt, wird auch auf den Einfluss des atmosphärischen Drucks auf die Rissbildungsgeschwindigkeit von Elastomeren bei konstanter Ozonkonzentration, wie üblicherweise ausgedrückt als Volumenanteil, hingewiesen. Wie durch in Nordamerika durchgeführte Ringversuche [3] festgestellt wurde, kann der Unterschied in der Ozonbeständigkeit, der zwischen in erheblich unterschiedlichen Höhen betriebenen Laboratorien auftreten kann, durch Angabe der Ozonkonzentration als Partialdruck des Ozons korrigiert werden (siehe Anhang C).

Es wird auf die hohe Toxizität von Ozon hingewiesen. Es sollten immer Vorkehrungen zur Minimierung der Einwirkung auf Mitarbeiter getroffen werden. Falls nicht strengere nationale Regelungen in dem Land des Anwenders gelten, wird empfohlen, 10 Teile Ozon je Hundert Millionen Teile Umgebungsluft als die absolut maximale Konzentration zu betrachten, wobei die maximale Durchschnittskonzentration deutlich niedriger sein sollte.

Falls nicht ein vollständig geschlossenes System eingesetzt wird, wird ein Ventilator zur Entfernung der ozonhaltigen Luft empfohlen.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der ISO 1431 legt drei Verfahren zur Bestimmung der Ozonkonzentration in Laborprüfkammern fest.

Verfahren A — UV-Absorption: Dies ist ein Referenzverfahren und wird zur Kalibrierung der alternativen Verfahren B und C benutzt.

Verfahren B — Instrumentelle Techniken:

- B1: elektrochemisch;
- B2: Chemolumineszenz.

Verfahren C — Nasschemische Verfahren:

- Verfahren I;
- Verfahren II;
- Verfahren III.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 1431-1:1989, *Rubber, vulcanized or thermoplastic — Resistance to ozone cracking — Part 1: Static and dynamic strain testing*

ISO 1431-2:1994^{N 1)}, *Rubber, vulcanized or thermoplastic — Resistance to ozone cracking — Part 2: Dynamic strain test*

ISO 13964:1998, *Air quality — Determination of ozone in ambient air — Ultraviolet photometric method.*

3 Kurzbeschreibung

Ein Ozon/Luftgemisch wird aus einer Ozonprüfkammer entnommen und die Ozonkonzentration durch das UV-Absorptionsreferenzverfahren oder durch die gegen das UV-Absorptionsverfahren kalibrierten, alternativen Verfahren, wie instrumentelle oder chemische Analyse, bestimmt.

N1) Nationale Fußnote: ISO 1431-2:1994 wurde 2004-09-08 ersatzlos zurückgezogen.

4 Geräte

Geräte zur Bestimmung der Ozonkonzentration müssen von einem der folgenden Typen sein:

- UV-Absorption;
- Elektrochemisch;
- Chemolumineszenz;
- Nasschemisch.

Das Referenzverfahren ist die UV-Absorption und jedes Gerät muss entsprechend Abschnitt 5 gegen das UV-Absorptionsverfahren kalibriert sein.

Das Gerät für das UV-Absorptionsverfahren muss ISO 13964 entsprechen, abgesehen davon, dass es in der Lage sein muss, die Ozonkonzentrationen wie in ISO 1431-1 und ISO 1431-2 gefordert zu messen.

Beschreibungen der alternativen Verfahren sind in Anhang B (Instrumentelle Verfahren) und Anhang C (Nasschemische Verfahren) angegeben.

5 Kalibrierung

Die Kalibrierung der Geräte zur Messung der Ozonkonzentration muss in Übereinstimmung mit dem in ISO 13964 beschriebenen Verfahren erfolgen.

6 Verfahren

Das UV-Verfahren muss entsprechend ISO 13964 durchgeführt werden.

Andere Instrumente müssen entsprechend der Bedienungsanweisungen des Herstellers eingesetzt werden, wobei besondere Sorgfalt auf die Grundeinstellung, den Nullpunktgleich sowie die Wartung und Überprüfung des Instruments, wie in Anhang B beschrieben, gelegt werden muss.

Die nasschemischen Verfahren müssen entsprechend Anhang C durchgeführt werden.

7 Darstellung der Ergebnisse

Im Allgemeinen wird die Ozonkonzentration φ_{O_3} in Teilen Ozon je Hundert Millionen Teilen Luft (Volumen) angegeben (pphm).

Allerdings darf die Ozonkonzentration auch in mg/m^3 oder in mPa angegeben werden. Der Ausdruck mg/m^3 zeigt die Anzahl der Ozonmoleküle je Volumen an, die für die Stärke des Ozonangriffs verantwortlich ist, abhängig sowohl von Druck als auch Temperatur.

Zur Umrechnung gilt folgende Gleichung:

$$\varphi_{\text{O}_3} [\text{mg/m}^3] = 5,78 \cdot 10^{-3} \cdot \frac{p}{T} \cdot \varphi_{\text{O}_3} [\text{pphm}]$$

Dabei ist

p der atmosphärische Druck, in hPa; und

T die Temperatur, in K.

Zur Angabe als Partialdruck des Ozons:

$$p_{\text{O}_3} [\text{mPa}] = 10^{-3} \cdot p \cdot \varphi_{\text{O}_3} [\text{pphm}]$$

Dabei ist

p der atmosphärische Druck, in hPa.

Für 1013 hPa und 273 K, 1 pphm = 1,01 mPa.

8 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss folgende Informationen enthalten:

- a) eine Verweisung auf diesen Teil der ISO 1431; d. h. ISO 1431-3;
- b) das verwendete Verfahren, d. h. Art des eingesetzten Gerätes oder des nasschemischen Verfahrens;
- c) die zeitliche Folge der Messungen, falls nicht kontinuierlich;
- d) die Ozonkonzentration oder der Bereich der gemessenen Konzentrationen, ausgedrückt in pphm oder mg/m^3 , oder mPa (Millipascal) O_3 -Partialdruck, korrigiert, falls erforderlich, mit einem Kalibrierfaktor;
- e) das Prüfdatum.

Anhang A (normativ)

Auswirkung des atmosphärischen Luftdrucks auf die Ozonrissbildung von Elastomeren

Die Geschwindigkeit der Ozonreaktion mit Elastomeren, z. B. die Rissbildungsgeschwindigkeit, ist eine Funktion der Kollisionshäufigkeit von Ozonmolekülen mit der Elastomeroberfläche und ist daher bei sonst gleichen Parametern abhängig von der Anzahl der vorhandenen Ozonmoleküle.

Das Zustandsgleichung idealer Gase und das Gesetz von Dalton ermöglichen die Angabe des Partialdrucks des Ozons p_{O_3} als eine Funktion der Anzahl der Ozonmoleküle n_{O_3} in dem Volumen V des Ozon/Luft-Gemisches; gemessen bei der Temperatur T .

$$p_{O_3} = n_{O_3} \frac{R \cdot T}{V}$$

Dabei ist

p_{O_3} in mPa;

T in K;

V in m³;

R die Gaskonstante ($R = 8,314 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$).

ANMERKUNG Bei Standardbedingungen der Temperatur (273 K) und Druck (1 atm., 760 Torr oder 1 013 hPa), 1 ppm = 1,01 mPa.

Es kann gezeigt werden, dass für den gleichen Ozongehalt je Volumen der ozonisierten Luft, gemessen bei der gleichen Temperatur, aber einem anderen Umgebungsdruck der Partialdruck des Ozons und die Anzahl der Ozonmoleküle im gleichen Verhältnis variieren wie der Umgebungsdruck.

Die Ergebnisse eines in Nordamerika durchgeführten Ringversuchsprogramms [3] beweisen den Effekt des Umgebungsdrucks auf die Risswachstumsgeschwindigkeit aufgrund von Ozon bei konstantem Ozongehalt je Volumen des Ozons.

Daher ist die Angabe der Ozonkonzentration in Laborprüfkammern auf der Basis Volumen je Volumen ungeeignet, falls Unterschiede im atmosphärischen Druck zu erwarten sind.

Die Auswirkungen dieser Variationen könnten korrigiert werden durch das Arbeiten mit einem konstanten Prüfkammerdruck oder durch Veränderung des volumetrischen Ozongehalts im umgekehrten Verhältnis zum atmosphärischen Druck. Der Effekt kann auch vermieden werden, indem die Ozonkonzentration als Partialdruck des Ozons in der ozonisierten Luft angegeben wird.